

Intensidade da Cor da Fibra de Algodões Coloridos*

Paulo A. V. Barroso¹
Vanessa C. Almeida²
Rafaela L. Araújo³
Francisco Alves Neto⁴
Fábia S. L. Pinto⁴
Lúcia V. Hoffmann¹
José Wellington dos Santos⁵
Tatiana da Silva Santos⁶
Ruben Guilherme da Fonseca⁷

O algodão (*Gossypium sp.*) uma das principais culturas do mundo, é cultivado em mais de 80 países nos dois hemisférios, produzindo mais de 20 milhões de toneladas de fibras por ano (BELTRÃO, 1999).

A maioria das espécies primitivas de algodoeiro possui fibra colorida, principalmente na tonalidade marrom, embora já tenham sido descritos algodões nas cores verde, amarela, azul e cinza (FREIRE et al., 1999); durante longos períodos, esses algodões foram descartados pela indústria têxtil mundial; ressalta-se ter sido proibida sua exploração em vários países em razão de serem considerados contaminantes indesejáveis dos algodões de tonalidade branca normal.

Mais recentemente, começou-se a trabalhar, com alguns países, com os algodões de fibra colorida pois, além do valor agregado à diferenciação do produto, o uso de fibras naturalmente coloridas reduz os custos de obtenção do tecido durante o processo de industrialização. Esta economia se dá pela dispensa dos produtos químicos (corantes, alvejantes etc.), pela redução da quantidade de água

necessária para a obtenção do tecido corado, pelo menor gasto de energia e pela redução da quantidade de efluentes a serem tratados.

Apesar de controlada geneticamente por um ou poucos locos, o *background* genético influi na intensidade da cor da fibra; as tonalidades também variam de local para local e de ano para ano, dentro da mesma variedade (CARVALHO et al., 1999) fatos que dificultam a execução de programas de melhoramento, de estudos fitotécnicos e, sobretudo, a padronização industrial da matéria-prima e do produto final; desta forma objetivou-se com o presente trabalho, desenvolver um método para quantificar a coloração verde e marrom da fibra de algodoeiro, com base no desenvolvido por Wang et al. (2002).

2. Metodologia

2.1. Capacidade de extração

Um ensaio preliminar foi realizado para determinar a capacidade do etanol acidificado com 1 % de ácido

*Trabalho financiado pelo FUNDECI/BnB

¹Engº Agrº D.Sc., Embrapa Algodão, Rua Osvaldo Cruz, 1143, Centenário, 58107-720, Campina Grande, PB, CEP 58107-720. e-mail:

pbarroso@cnpa.embrapa.br, hoff@cnpa.embrapa.br

²Bióloga, Mestranda UFRN, Estagiária Embrapa Algodão

³Acadêmica de biologia, estagiária Embrapa Algodão

⁴Assistente de Operações II da Embrapa Algodão

⁵Engº Agrº, M.Sc. da Embrapa Algodão

⁶Estatística, Estagiária Embrapa Algodão

⁷Eng. Têxtil, Embrapa Algodão

nítrico (v/v) e extrair os pigmentos presentes em fibra de algodoeiro verde e marrom. Cem miligramas de fibra marrom escuro, verde e branca, foram triturados em moinho de faca e colocados em tubo de ensaio contendo 10mL de etanol acidificado com ácido nítrico 1% (v/v). A suspensão foi mantida *overnight* a 50°C. Após centrifugação para separar as fases, mediu-se a absorbância em espectrofotômetro nos comprimentos de onda compreendidos entre 190 e 679nm, com intervalos de 3nm.

2.2 - Efeito da trituração e do aquecimento

Para verificar a necessidade da trituração e do aquecimento, montou-se um experimento em delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial. Os fatores utilizados, foram: aquecimento (50°C e temperatura ambiente), trituração da fibra (fibra triturada em moinho ou íntegra) e coloração da fibra (branca, verde claro, verde escuro, marrom claro e marrom escuro). A extração dos pigmentos foi realizada empregando-se 100 mg de fibra, colocados em tubo de ensaio contendo 10ml de etanol acidificado com ácido nítrico 1%. Cada tratamento foi repetido três vezes e a quantidade de pigmento extraída foi estimada por absorbância a 380nm da fase líquida das suspensões.

2.3 – Mistura entre as fibras colorida e branca

Para saber se a quantificação dos pigmentos apresentava relações lineares, realizou-se um ensaio combinando-se 0, 25, 50, 75 e 100% de fibra branca às fibras verde e marrom, todas trituradas. Cem miligramas de fibra foram tratados com 10ml de etanol acidificado com HNO₃ 1% (v/v) e se manteve a suspensão *overnight* a 50°C, centrifugada e a absorbância da fase líquida avaliada a 380nm.

2.4 - Efeito dos ácidos na extração dos pigmentos

Para se verificar a influência do tipo de ácido usado na extração dos pigmentos, realizou-se um experimento com quatro ácidos diferentes. Cem miligramas de fibra branca, marrom escuro, marrom claro e verde, foram trituradas e misturadas a 10ml de etanol acidificado com ácido acético (CH₃COOH), ácido perclórico (HClO₄), ácido sulfúrico (H₂SO₄) e ácido nítrico (HNO₃), todos a 1% (v/v). A suspensão foi mantida *overnight* a 50°C, centrifugada e a absorbância da fase líquida medida a 380nm.

2.5 - Temperatura da extração

Para se avaliar a influência da temperatura na quantidade de pigmentos extraídos, 100mg de fibra branca, marrom escuro, marrom claro e verde, todas trituradas, foram mantidas a 50°C, 60°C ou 70°C *overnight* em 10ml de etanol acidificado com HNO₃ 1%(v/v). A avaliação foi realizada em espectrofotômetro a 380nm.

2.6 - Tempo de extração

Um último ensaio foi realizado com vistas a se determinar a influência do tempo de exposição em temperatura elevada, na extração dos pigmentos. As fibras, no peso de 200mg, de cores branca, verde, marrom escuro e marrom claro, trituradas, foram tratadas com 10ml de etanol acidificado com ácido nítrico 1% (v/v) e submetidas a 60°C durante 1, 2, 3 e 4 horas e *overnight*. A quantidade de pigmento extraído foi estimada pela leitura da absorbância da fase líquida das suspensões a 380nm.

3) Resultados e Discussão

3.1 – Capacidade de extração

Os pigmentos das fibras de algodoeiro verde e marrom foram extraídos quando submetidos a etanol acidificado com ácido nítrico 1% a 50°C, *overnight*. Embora não se tenha extraído todo o pigmento presente na fibra, a quantidade retirada foi suficiente para se detectar diferenças em relação aos tipos de fibra utilizados. Verificaram-se variações nas absorbâncias em relação à fibra branca, em todo o espectro estudado (190 a 679nm), diminuindo com o aumento do comprimento de onda (Figura 1).

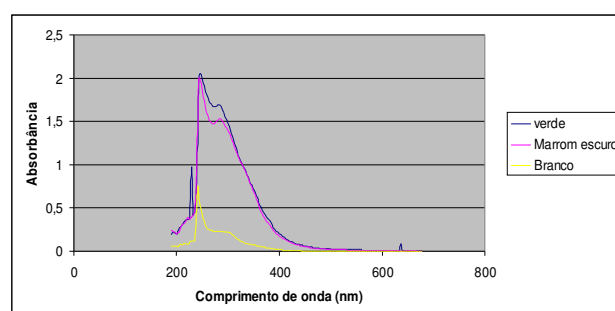


Fig. 1. Espectro de absorbância obtido de soluções contendo pigmentos extraídos de algodoeiros verde, marrom e branco (controle).

3.2 – Efeito da trituração e do aquecimento

A extração de pigmento foi maior quando a fibra foi triturada e mantida em temperatura elevada (50°C) do que quando o procedimento foi aplicado a fibra íntegra e na temperatura ambiente (Tabela 1). As interações entre a cor da fibra, a temperatura de incubação e sua coloração, foram significativas; contudo, conforme se observa nas Figuras 2 e 3 e nas Tabelas 2 e 3, as interações não foram complexas; assim, verifica-se que a trituração e o aquecimento aumentam o poder de extração dos pigmentos, independente da cor da fibra; portanto, tanto a trituração como o aquecimento da fibra devem ser utilizados por um protocolo para a quantificação da coloração da fibra.

Tabela 1. Resumo da análise de variância relativa aos efeitos da trituração da fibra e da incubação em estufa a 50°C, em diferentes colorações

F.V.	GL	SQ	QM	F
Trituração	1	1,1125	1,11248	1014,42**
Estufa	1	0,3212	0,32120	292,89**
Cor	4	1,7688	0,44220	403,22**
Trituração x estufa	1	0,0621	0,06208	56,61**
Trituração x cor	4	0,7328	0,18319	167,05**
Cor x estufa	4	0,2230	0,05576	50,84**
Trituração x estufa x cor	4	0,2632	0,06579	59,99**
Tratamento	19	4,4836	0,23598	215,18**
Resíduo	40	0,0439	0,00110	
C.V. = 14,16%				

*p < 0,05

**p < 0,01

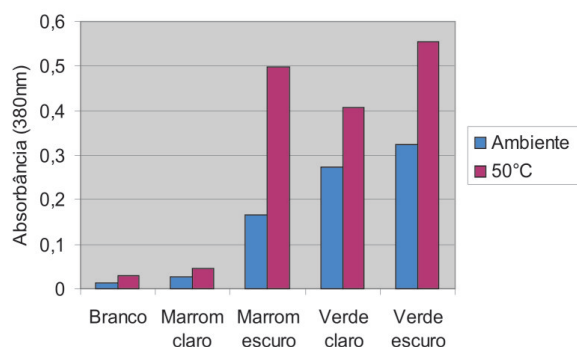


Fig. 2. Absorbâncias médias de soluções contendo pigmentos extraídos de fibra de diferentes cores

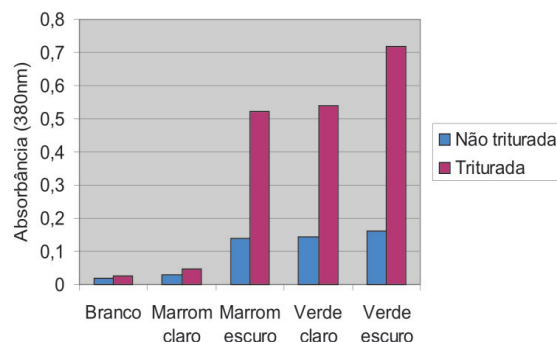


Fig. 3. Absorbâncias médias de soluções contendo pigmentos extraídos de fibras trituradas e não trituradas, segundo a coloração

Tabela 2. Absorbâncias médias de soluções contendo pigmentos, segundo a cor da fibra e a temperatura, durante a extração

Coloração	Ambiente	50°C
Branco	0,013 a	0,030 a
Marrom claro	0,027 a	0,045 a
Marrom escuro	0,167 b	0,497 a
Verde claro	0,273 b	0,408 a
Verde escuro	0,323 b	0,555 a

Médias seguidas das mesmas letras nas linhas não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

Tabela 3. Absorbâncias médias de soluções contendo pigmentos, segundo a cor da fibra e a realização de trituração

Coloração	Não trituradas	Trituradas
Branco	0,018 a	0,025 a
Marrom claro	0,027 a	0,045 a
Marrom escuro	0,140 b	0,523 a
Verde claro	0,143 b	0,538 a
Verde escuro	0,160 b	0,718 a

Médias seguidas das mesmas letras nas linhas não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade

3.3 – Efeito da mistura de fibra branca e colorida

A extração, realizada com diferentes quantidades de fibra branca misturada à fibra verde ou marrom, produziu soluções com tonalidades diferentes, mais fortes para as fibras apenas com fibra colorida (Figura 4). A análise de regressão e de correlação

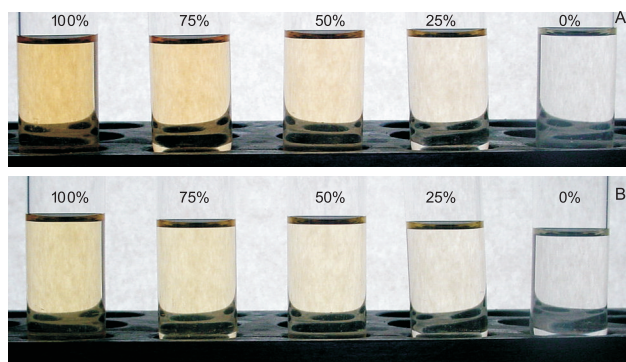


Fig. 4. Tubos contendo solução com pigmentos extraídos de fibra verde (A) e marrom (B) em diferentes proporções

(Figura 5) mostrou haver relação linear ($p < 0,05$) entre a absorbância a 360nm e a percentagem de fibra verde ($R^2 = 0,9874$) e marrom ($R^2 = 0,9999$). Este resultado indica que a metodologia pode ser usada para realizar quantificações da coloração da fibra.

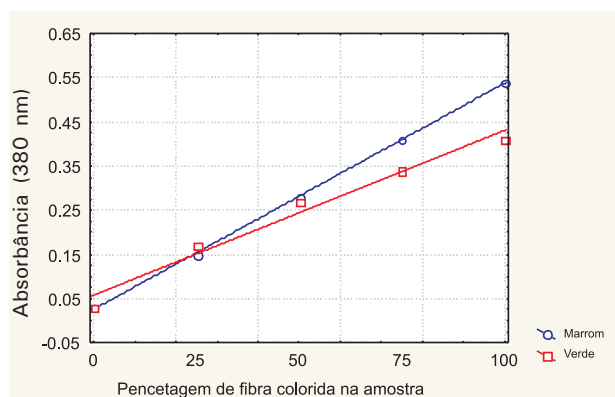


Fig. 5. Absorbância obtida em extrações com mistura de fibras

3.4 – Efeito dos ácidos para extração dos pigmentos

Verificou-se, pela análise de variância, haver diferenças entre os ácidos quanto à capacidade de extração do pigmento (Tabela 5). Para a fibra branca, todos os ácidos resultaram em absorbâncias similares. Para a fibra marrom claro, o ácido acético apresentou comportamento inferior aos demais. Para as fibras verde e marrom escuro, o ácido nítrico propiciou maior extração dos pigmentos de todas as cores, permitindo valores de absorbância mais altos; o ácido perclórico e o ácido sulfúrico

Tabela 5. Resumo da análise de variância relativa à extração de pigmento segundo o ácido e a coloração da fibra

F.V.	GL	S Quadrados	QM	F
Cor	3	1,00729500	0,33576500	823,96**
Ácido	3	0,35062500	0,11687500	286,81**
Cor x ácido	9	0,30455500	0,03383944	83,04**
Tratamento	15	1,66247500	0,11083167	271,98**
Erro	64	0,02608000	0,00040750	
C.V. = 13,62 %				

* $p < 0,05$

** $p < 0,01$

apresentaram comportamento intermediário e o ácido acético não realizou extração satisfatória (Tabela 6). Apesar do efeito da interação entre ácidos e colorações de fibra ter sido significativo ($p < 0,05$), ela não foi do tipo complexa, mostrando que a classificação dos ácidos em relação à eficiência de extração não se alterou com o tipo de coloração da fibra (Figura 6) sendo, para o ácido nítrico, o mais eficiente na extração dos pigmentos.

3.5 – Temperatura da extração

Em todas as temperaturas foram extraídos, satisfatoriamente, os pigmentos. Os efeitos da temperatura e da interação cor x temperatura, foram significativos (Tabela 7). Segundo o teste de Tukey, a coloração verde apresentou diferença na

Tabela 6. Absorbâncias médias de soluções, segundo o ácido e a coloração da fibra

Cor	Ácido			
	Ac. Acético	Ac. Perclórico	Ac. Sulfúrico	Ac. Nítrico
Branco	0,014 a	0,050 a	0,028 a	0,044 a
Marrom claro	0,042 a	0,094 b	0,094 b	0,114 b
Marrom escuro	0,036 a	0,134 b	0,148 b	0,250 c
Verde	0,188 a	0,288 c	0,244 b	0,604 d

Médias seguidas das mesmas letras nas linhas não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade

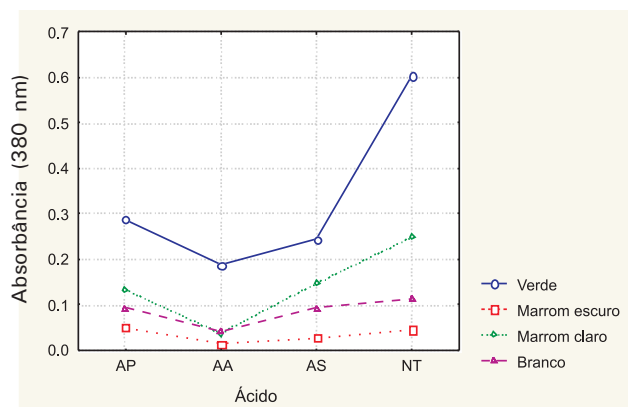


Fig. 6. Absorbâncias médias de soluções realizadas com os ácidos perclórico (AP), acético (AA), sulfúrico (AS) e nítrico (NA), segundo a coloração da fibra

Tabela 7. Resumo da análise de variância relativa à extração de pigmento segundo a temperatura durante a extração e a coloração da fibra

F.V.	GL	SQ	QM	F
Cor	3	3,25264500	1,08421500	740,50**
Temperatura	2	0,02127000	0,01063500	7,26**
Cor x temperatura	6	0,06249000	0,01041500	7,11**
Tratamento	11	3,33640500	0,30330955	207,16**
Erro	48	0,07028000	0,00146417	
C.V. = 12,99%				

**p<0,01

extração do pigmento, sendo extraído de maneira mais eficiente, nas temperaturas de 60° e 70°C. Para as demais tonalidades, todas as temperaturas propiciaram um mesmo nível de extração do pigmento (Tabela 8). Novamente se observou que a interação foi do tipo simples, o que permite definir uma única temperatura para realizar a extração do pigmento de algodões de fibra verde e marrom (Figura 7), situando-se em 60°C a temperatura mais indicada.

3.6 – Tempo de extração

O tempo necessário para realizar as extrações variou de acordo com a coloração na fibra (Tabela 9). Observando-se a Tabela 10 e a Figura 8, percebe-se que a interação cor x tempo foi do tipo complexa. Para as tonalidades branca e marrom claro, o tempo de permanência a 60° não alterou significativamente a quantidade de pigmento

Tabela 8. Absorbância média segundo a temperatura durante a extração e a coloração da fibra

Cor	Temperatura *		
	50°C	60°C	70°C
Branco	0,076 a	0,070 a	0,074 a
Marrom claro	0,122 a	0,106 a	0,148 a
Marrom escuro	0,306 a	0,336 a	0,294 a
Verde	0,568 a	0,710 b	0,724 b

Médias seguidas das mesmas letras nas linhas não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade

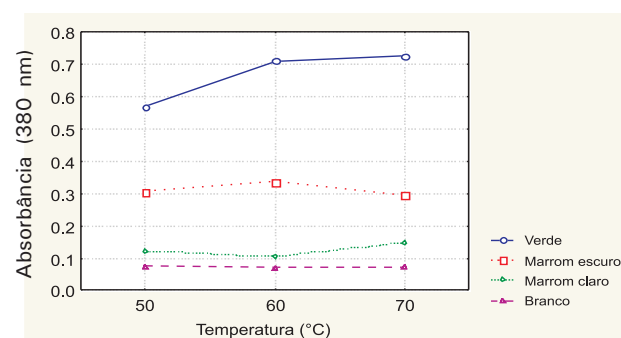


Fig. 7. Absorbâncias médias em extrações realizadas a diferentes temperaturas, segundo a coloração da fibra.

Tabela 9. Resumo da análise de variância da absorbância a 380nm de soluções após a extração dos pigmentos de fibras colorida e branca em diferentes tempos

F.V.	GL	SQ	QM	F
Cor	3	7,53886013	2,51295338	255,20**
Tempo	4	1,98921593	0,49730398	50,50**
Cor x tempo	12	1,86340490	0,15528374	15,77**
Tratamento	19	11,39148096	0,59955163	60,89**
Erro	79	0,77791500	0,00984703	
C.V. = 19,93%				

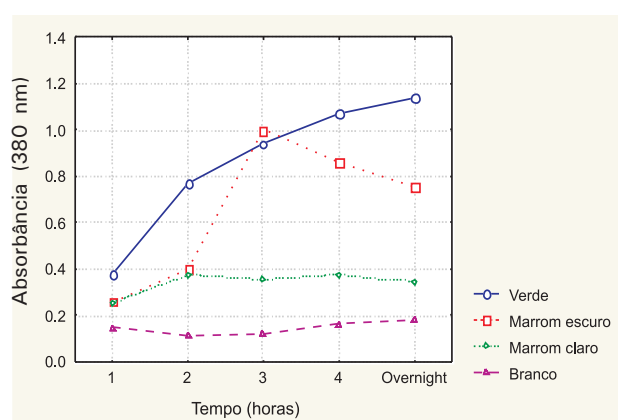
**p<0,01

extraído. A permanência da fibra verde, durante 4 horas e overnight, produziram os melhores efeitos na liberação da pigmentação. Para a fibra marrom, os tempos que geraram melhores resultados foram 3 e 4 horas, reduzindo significativamente, quando a solução foi mantida em overnight a 60°C. Esta

Tabela 10. Absorbâncias médias segundo o tempo de extração e a coloração da fibra

Cor	Tempo*				
	1h	2hs	3hs	4hs	Overnight
ME	0,258 a	0,402 a	1,000 c	0,860 cb	0,753 b
BR	0,148 a	0,116 a	0,122 a	0,162 a	0,184 a
MC	0,256 a	0,376 a	0,356 a	0,374 a	0,344 a
VE	0,380 a	0,770 b	0,940 cb	1,070 cd	1,140 d

* Médias seguidas das mesmas letras nas linhas não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade

**Fig. 8.** Absorbância média em extrações realizadas em diferentes tempos

redução da absorbância verificada na fibra marrom deve ter sido causada pela degradação parcial dos pigmentos liberados. Considerando-se os resultados obtidos, verifica-se que o melhor tempo de permanência da fibra a 60°C em solução de etanol acidificada com ácido nítrico (1%) foi 4 horas.

Através do item Conclusões, pode-se estabelecer uma metodologia para quantificar a coloração da fibra de algodoeiro, de modo relativamente acurado, utilizando-se os passos descritos a seguir:

- 1) Triturar a fibra das amostras
- 2) Pesar 0,1g da fibra triturada
- 3) Suspender a fibra em 10ml de solução de ácido nítrico (1% v/v) em etanol
- 4) Manter a 60°C durante por quatro horas
- 5) Centrifugar os tubos e coletar o sobrenadante
- 6) Medir a absorbância da solução a 380nm

Como a quantidade de cor não é absoluta, visto que a metodologia não determina a quantidade de

pigmento dissolvido mas, sim, comparativa, é importante manter estoques de fibra colorida de materiais padrão; tais estoques devem ser armazenados em condições que impeçam a alteração de suas características devido a fatores físicos (como luz) e microbiológicos. Sugere-se triturar uma grande quantidade e armazenar alíquotas de 0,1g a -20°C; esses padrões permitirão, sem dúvida, realizar comparações entre experimentos.

4) Conclusões

- Fibras trituradas e aquecidas, tratadas em etanol acidificado com ácido nítrico 1% (v/v) apresentam extração satisfatória de pigmentos.
- As fibras de cor verde extraem, em média, mais pigmentos que as outras cores de fibra.
- O ácido nítrico (HNO₃) é o mais apropriado para a extração dos pigmentos dos algodões coloridos.
- Para uma extração adequada dos pigmentos, é necessário que as suspensões sejam mantidas em temperaturas elevadas por, pelo menos, 4 horas.

5. Referências Bibliográficas

- BELTRÃO, N. E. de M (Org.) **O agronegócio do algodão no Brasil**. Brasília: Embrapa Comunicação para Transferência e Tecnologia, 1999. 1.023p.
- CARVALHO, L.P.; NÓBREGA, M.B de M.; FREIRE, E.C.; SANTANA, J.C.F. de. **Cores naturais da fibra de algodão e obtenção de uma população de cultivar CNPA 7H verde**. Campina Grande: Embrapa-CNPA, 1999. 23p. (Embrapa-CNPA. Documentos, n.68).
- FREIRE, E.C.; ANDRADE, F.P. de; SANTANA, J.C.F. de; PEDROSA, M.B. Melhoramento do algodão colorido de tonalidade marrom no nordeste do Brasil. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO ALGODÃO, 2., 1999, Ribeirão Preto. **Anais...** Campina Grande: Embrapa-CNPA, 1999. p. 563-565,
- WANG, X.; LI, Y.Y.; WANG, X.D.; LI, Y.Y. Study on characteristics of colored cotton fiber development. **Journal of Zhejiang University Agriculture and Life Sciences**, v.28, n.3, p.237-242, 2002.

**Comunicado
Técnico, 249**

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:
Embrapa Algodão
Rua Osvaldo Cruz, 1143 Centenário, CP 174
58107-720 Campina Grande, PB
Fone: (83) 3315 4300 Fax: (83) 3315 4367
e-mail: sac@cnpa.embrapa.br
1ª Edição
Tiragem: 500



Ministério da Agricultura,
Pecuária e Abastecimento

**Comitê de
Publicações**

Presidente: Luiz Paulo de Carvalho
Secretária Executiva: Nivia M.S. Gomes
Membros: Cristina Schetino Bastos
Fábio Akiyoshi Suinaga
Francisco das Chagas Vidal Neto
Gilvan Barbosa Ferreira
José Américo Bordini do Amaral
José Wellington dos Santos
Nair Helena Arriel de Castro
Nelson Dias Suassuna

Expedientes: Supervisor Editorial: Nivia M.S. Gomes
Revisão de Texto: Nisia Luciano Leão
Tratamento das ilustrações: Geraldo F. de S. Filho
Editoração Eletrônica: Geraldo F. de S. Filho